

# 変形時ラウエ斑点の広がりと反射面方位

北 川 茂\*・中 峠 哲 朗\*

## Broadening of Laue Spots Depending on Directions of Diffraction in Deformed Crystal

Shigeru KITAGAWA and Tetsuro NAKATAO

(Received Oct. 15, 1972)

The radial asterism of transmission Laue spots,  $\varepsilon_a$ , is used to study the plastic features of crystals. In present paper,  $\varepsilon_{a\varphi}$  of various spots for uniaxial deformation is expressed in terms of the angle  $\varphi$  between the direction of loading and radial one of the spot by

$$\varepsilon_{a\varphi} = \varepsilon_{a0} \cos \varphi$$

where  $\varepsilon_{a0}$  is a constant. When the measured values of  $\varepsilon_{a\varphi}$  are plotted in a vector diagram between  $\varepsilon_{a\varphi}$  and  $\varphi$ , the diagram is given approximately by osculating two circles, which fit to the above expression. It is also noted that some deviations from the above expression may be explained by two- or three-axial deformations.

### 1 緒 言

塑性変形された結晶内のひずみ状態の測定には、古くからX線回折がよく使用されている。とりわけ単結晶、あるいは粗大結晶粒を有する多結晶については、多くの場合ラウエ法が用いられる。ラウエ法ではX線の波長が連続的であるため、これまで定量的ひずみ測定は困難であるとされ、大部分の議論は定性的なものであった。反射ラウエ法による定量的測定の例が一部にある<sup>1)</sup>が、透過法による測定例はほとんど見当らない。そこで、透過ラウエ法によるひずみの定量的測定を可能にするための一方法として、今回は回折線の広がり（アステリズム）と荷重との関係について考察し、単純な変形の場合についてその関係を導いたのて報告する。

### 2 ラウエ斑点の整理法

X線回折線の広がりとは結晶の変形との関係を求めるために、まず荷重方向と結晶の変形の関係について概

観する。ここで簡単のため、単結晶に単軸引張り荷重を与えた場合に物体の各微小部分はそれぞれすべり変形を生じて、全体として塑性変形を生じたとする。その単純化したようすを Fig. 1 に示す。変形は物体全体として一様ではなく、中央付近ではすべりが大きく、しかも格子の回転を生じているが、格子のわん曲ひずみは少ない。他方、拘束部付近では、すべり量は少ないが格子のわん曲ひずみは大きい。このような状況において、Fig. 1 に示すように左よりX線束を入射するとき、中央付近の線束2では回折線束はあまり広がらないが、線束1および3に入射した場合は回折X線束はかなり大きく広がる。したがって、得られたラウエ斑点のアステリズムは格子のわん曲に対応したひずみとなり、X線照射域の全方位差（total miss-orientation）を表わしている。今後結晶内の局所的変形量、とりわけ格子のひずみの目安として、このアステリズムの大きさ（回折線の広がり角）に注目する。

次に、上述したすべり変形の発生条件について概観する。実さいの結晶中では、多くのすべり系が存在す

\*応用物理学科

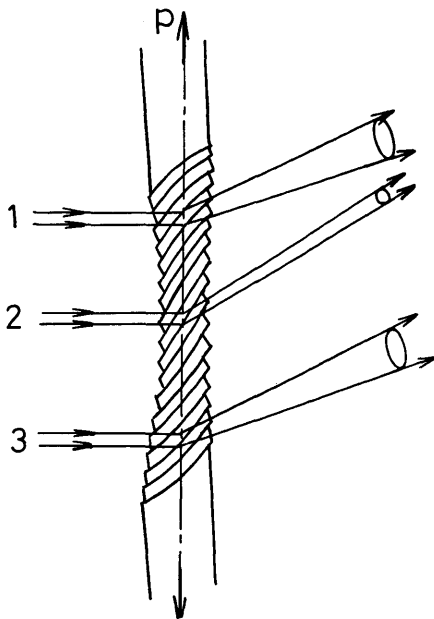
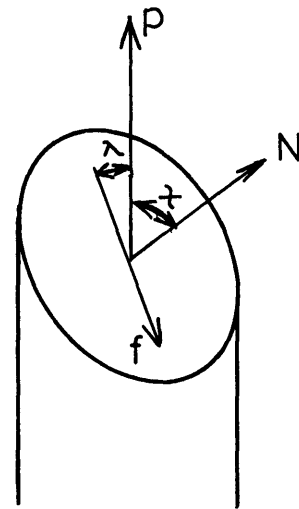


Fig. 1 Deformation of single crystal and diffracted X-ray.



p : Load direction  
N : Slip plane normal  
f : Slip direction

Fig. 2 Slip system.

る。例えば、f. c. c. では  $\{111\}$ ,  $\{110\}$  および  $\{100\}$  面において  $[110]$  方向のすべりを生ずる。中でも  $\{111\}$  面において最も容易にすべる。これらのすべり系のいずれが実際にすべるかは、荷重  $P$  とすべり系との方位の関係から、次のように与えられることが知られている。いま、Fig. 1 に示したような変形において、あるすべり面の法線を  $N$ 、すべり方向  $f$  および荷重方向  $P$  との関係の例を Fig. 2 に示す。図に示した角  $\lambda$  および  $\chi$  を用いて

$$\mu = \cos \chi \cos \lambda \quad \dots\dots\dots(1)$$

で与えられる方位係数 (Schmidt factor)  $\mu$  を考える。いくつかのすべり系があるときはそれぞれの系に対する方位係数  $\mu$  の値のうち、最大の値をもつ系においてすべりを開始することがよく知られている。もし、 $P$ ,  $f$ ,  $N$  が同一面内にあるときは  $\chi = 90^\circ - \lambda$  が成立し、また  $\chi = \lambda = 45^\circ$  のときは  $\mu = 0.5$  で最大値となる。

さて、ひずみ  $\epsilon$  に比例したアステリズムが生ずるものと仮定する。いま、Fig. 2 に示した  $P$  と  $f$  とのなす面内で、 $P$  に垂直な方向から  $X$  線を入射すると、 $f$  はフィルム上で  $P$  と同一方向に投影される。 $pf$  面内で回折された  $X$  線ビームのアステリズムの大きさを  $\epsilon_{ao}$  とし、 $pf$  面と角  $\varphi$  をなす面内で回折されたビームのそれを  $\epsilon_{a\varphi}$  とする。(これはフィルム上で  $P$  方向

に対し角  $\varphi$  をなす方向に回折した斑点のアステリズムの大きさである。) ここで、アステリズムの大きさ  $\epsilon_{a\varphi}$  がその回折面の方向のひずみ成分  $r_\varphi$  に比例するものとする。いま一軸性の変形を生じ、 $f$  方向のすべりによるひずみ  $r_o$  を生じたとすると、 $\varphi$  方向の面内のひずみ成分  $r_\varphi$  は

$$r_\varphi = r_o \cos \varphi \quad \dots\dots\dots(2)$$

で与えられる。したがって、 $\varphi$  方向に回折されたビームのアステリズムの大きさは

$$\epsilon_{a\varphi} = \epsilon_{ao} \cos \varphi \quad \dots\dots\dots(3)$$

で与えられる。(3)式の関係より  $\epsilon_{a\varphi}(\varphi)$  をベクトル軌跡で示すと、相接する2つの円が得られる。

以上、最も単純な単軸性の変形におけるアステリズムの大きさを、荷重方向と回折方向との関係においてみて来た。次に実際の結晶についてこの関係をしらべた例を示す。

### 3 測 定

#### 3.1 実験方法

供試材料は 99.99% の純アルミニウムの多結晶で、これを Fig. 3 に示す形状に加工し、完全焼鈍した後電解研摩して仕上げた。この試料は 0.3~2 mm 径の粗大結晶粒を有し、 $X$  線ビーム太さより大きい結晶粒からは単結晶としてのラウエパタンを得た。この試料に

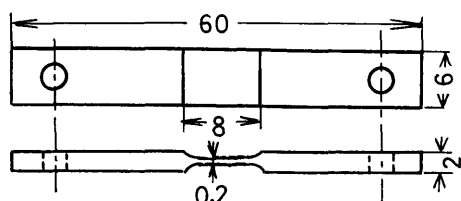


Fig. 3 Test piece.

長手方向に数%の単軸引張変形を与えた。試料表面には多数のすべり線を生じているので、すべり線の変化から各結晶粒を識別した。

今回使用したX線回折装置の概要を Fig. 4 に示す。対陰極（銅）に  $0.1 \times 1.0 \text{ mm}^2$  の大きさに絞った電子ビームを当て、これより出るX線（見込大きさは  $0.1 \times 0.1 \text{ mm}^2$ ）を  $0.4 \text{ mm} \phi$  のピンホールをあけた鉛のスリット

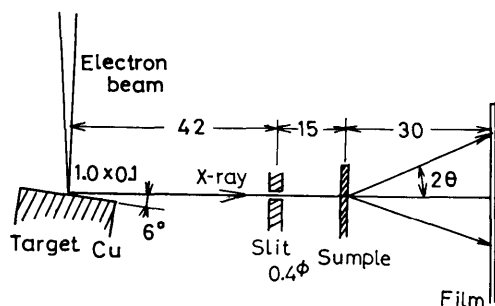


Fig. 4 Construction of micro-beam X-ray diffraction apparatus.

を通して細束X線を得た。X線カメラ台上にセットした光学顕微鏡（50倍）で観察しながら試料のX線照射位置を設定した。なお、撮影条件として、電子ビームは  $40 \text{ kV}$ 、 $1.7 \sim 1.9 \text{ mA}$  で、露出時間は  $30 \sim 60$  分であった。

### 3.2 アステリズムの測定

ラウエ写真中の各回折斑点のアステリズムを次のように求める。Fig. 5 に示すように、ビーム入射点を中心としてフィルム上での半径方向の広がりを  $a$ 、円周方向の広がりを  $b$  とする。ここで、半径方向のアステリズムの大きさ  $\epsilon_a$  は

$$\epsilon_a = \frac{a}{D} \cos^2 2\theta \quad \dots\dots\dots(4)$$

で与えられる。ただし、 $D$  は試料—フィルム間の距離、 $\theta$  は回折角である。いま、結晶にひずみがないとき、すなわち回折線がアステリズムを生じないときの  $a$  の大きさを  $a_0$  とし、有限の大きさのアステリ

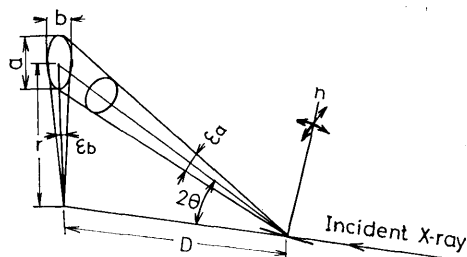


Fig. 5 Analysis of the asterism measured.

ムを生ずるときのフィルム上の値を  $a'$  とすると、結晶のひずみにより生じた真のアステリズムの大きさは

$$\epsilon_a = \frac{a' - a_0}{D} \cos^2 2\theta \quad \dots\dots\dots(5)$$

で与えられる。以下の測定値は (5) 式によるものである。

回折線の円周方向の広がり  $b$  についても  $a$  と同様に格子のわん曲に対応した量として考えることができる。これを Fig. 5 に示すように結晶反射面（法線  $n$ ）の回転として考えると、透過ラウエ法の場合は近似的に

$$\epsilon_b = b/r \quad \dots\dots\dots(6)$$

で与えられる。ここで  $\epsilon_b$  は円周方向のアステリズムの大きさであり、 $r$  はフィルム上の入射X線から斑点までの距離である。また、入射X線のビーム太さによる  $b_0$  が無視できない場合には、(5) 式と同様に

$$\epsilon_b = (b' - b_0)/r \quad \dots\dots\dots(7)$$

の補正值で求めるべきである。ここで  $b'$  はフィルム上の値である。 $\epsilon_b$  については、後に述べるように種々の問題点があるので、今回はこの値について詳しくは触れない。

### 3.3 測定結果

得られた回折写真の例を Fig. 6 に示す。これは同一結晶粒の異なる2つの位置におけるもので、(A)は結晶粒のほぼ中央、(B)は結晶粒界に近い部分から得たものである。この結晶粒は、たまたま (001) 面が試料表面（板面）にはほぼ一致しており、またX線は試料面に垂直に入射したので、この結晶粒についてはほぼ  $\langle 001 \rangle$  方向から入射した場合の回折パターンを得た。これらの写真より、荷重方向  $P$  と、 $\langle 100 \rangle$  方向とは約  $45^\circ$  をなしている。また、これらのラウエ斑点群のうち、それぞれ濃い8個（ほぼ4方対称になっている）は  $\{113\}$  面の反射である。

ここで、上記8個の斑点について、アステリズムの大きさと  $\varphi$  との関係を求め、 $P$  方向を軸として  $\epsilon_{a\varphi}$  を

プロットとたものを Fig. 6 に示す。(i) プロットされた4つづつの点を連ねる円を描くと、それらの円は上述(3)式の関係をはほぼ満足しており、とりわけ(A)ではきわめてよく一致している。したがって、多数のアステリズムが(3)式によって近似表現される、換言すれば今回の一軸引張された測定試料は簡単な一軸変形を起していることがわかった。(ii) さらにこれらの実測結果が(3)と多少異なる点については次のように説明され

る。(a) それぞれの円の直径はアステリズムの最大値  $\epsilon_{max}$  を与えており、2つの円の中心を結ぶ方向(Q)が  $\epsilon_{max}$  の生ずる方向を与える。(B)においてはQ方向はP方向と一致していない。これがもし単軸変形であるとする、Qの方向はすべり方向に対応し、したがって主たるすべり系を推測することも可能である。(b) (B)において、2つの円が多少交っている。 $\varphi$  の代りにいまQ方向を基準にとって、それに対する角  $\varphi'$  で考

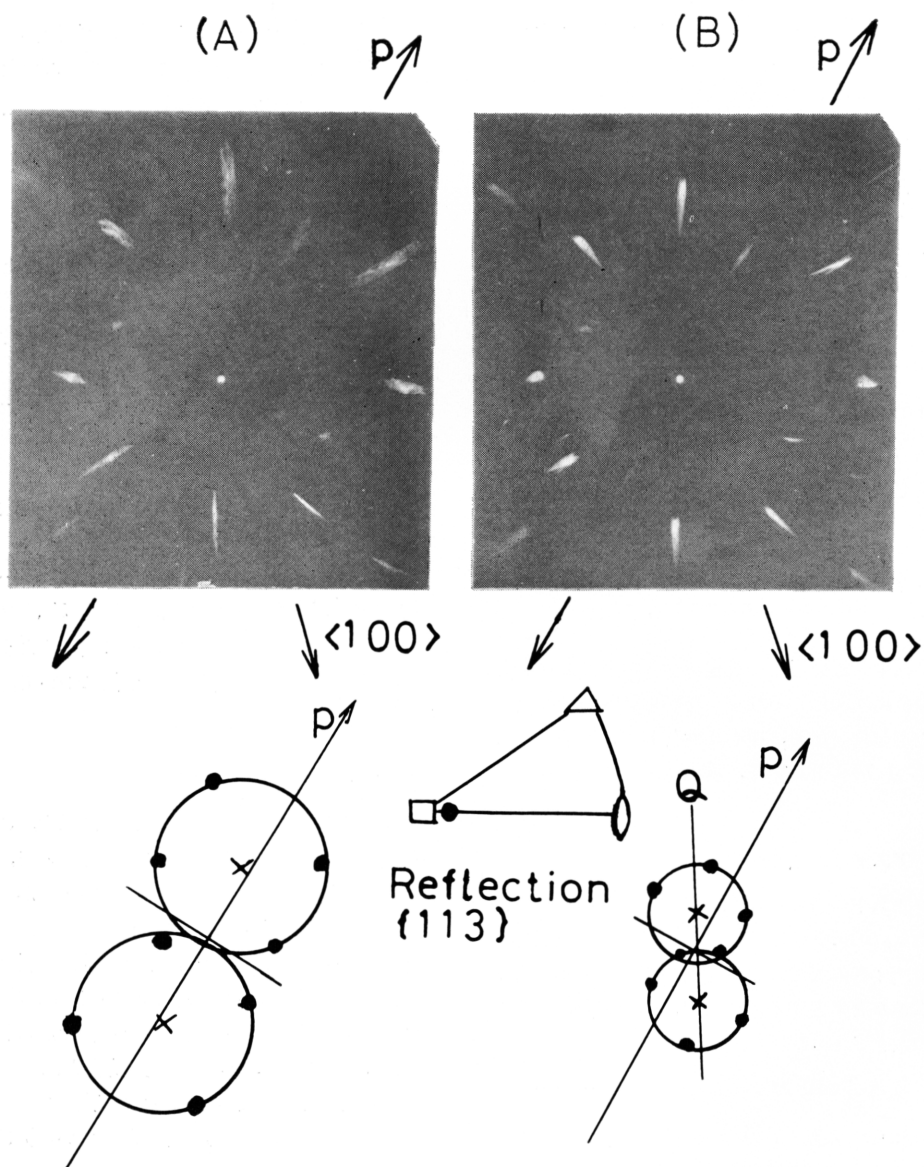


Fig. 6 Photograph of transmission Laue patterns and distributions of the asterism measured.

える。 $\varphi' = 90^\circ$ において $\epsilon_{a\varphi'}$ が0でないことから、この方向にもひずみの成分が存在することが知られる。すなわち単軸変形よりもむしろ2軸変形によって説明される。

### 3・4 注 意

#### (i) 円周方向のアステリズム

まずこれまで触れなかった円周方向のアステリズム $\epsilon_b$ について簡単に述べよう。もし、理想的な単軸変形の場合には $\varphi \approx 0$ では $\epsilon_a \gg \epsilon_b$ となり、 $\varphi \approx 90^\circ$ では $\epsilon_b \geq \epsilon_a$ となるから、 $\epsilon_b$ についても(3)式と同様の関係式で表わすことも可能であろう。しかし、例えば Fig. 7 の(A)の写真をみると右下部分( $90^\circ < \varphi < 180^\circ$ )において $\epsilon_b$ は小さく、 $\varphi \approx 0$ において $\epsilon_b$ は大きくなっていることから $\epsilon_b$ についてはもっと複雑な事情を考慮する必要のあることが知られる。

#### (ii) すべり系

前に Fig. 1 では最も簡単な一定すべり系における物体の変形を示したが、実際にはいくつかのすべり系による変形が同時に起る場合が多い。例えば、Fig. 1 のような場合でも、Pに対して4回対称の物体では4つの同等なすべり系によるすべりが同時に起こり得る。このような場合には、Fig. 2は各局所部分についてのみ成立し、したがってX線照射面内では2次元的に均等なひずみとして観測される。このときは原理的に $\epsilon_a = 2\epsilon_b$ となり、アステリズムは楕円形状のもの

となる<sup>2)</sup>。多くの場合は単一軸変形と、均一変形の中間の状態になるので、それを考慮した議論をすすめることが今後の課題となる。

## 4 ま と め

透過ラウエ斑点から塑性変形された結晶のひずみ状態を定量的にしらべるために、種々の斑点のアステリズムを解析することにより次の結果を得た。

i) 単軸変形においては、フィルム上で荷重方向を主線にとり、各斑点の回折方向 $\varphi$ を定義したとき、各斑点の半径方向のアステリズムの大きさ $\epsilon_{a\varphi}$ は定数 $\epsilon_{a0}$ を用いて次式で与えられる。

$$\epsilon_{a\varphi} = \epsilon_{a0} \cos \varphi$$

ii) 引張り塑性変形を与えた板状アルミニウムについて実験し、透過ラウエパターンからアステリズムの大きさの方向分布を求めて、 $\epsilon_{a\varphi}(\varphi)$ の形でベクトル線図表示すると、上式の関係が成立することが認められた。

iii) なお、実測結果において部分的に多少単軸変形と異なる点が見出され、それについて考察を加えた。

### 参 考 文 献

- 1) 林建吉, 中川平三郎, 第10回X線材料強度に関するシンポジウム(1972-7) 53
- 2) B. D. Cullity, X線回折要論(1961) アグネ, 247